SNI

SNI 2354.5:2011

Standar Nasional Indonesia

Cara uji kimia – Bagian 5: Penentuan kadar logam berat Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd) pada produk perikanan

ICS 67.050

Badan Standardisasi Nasional

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2011

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi i
Prakata ii
1 Ruang lingkup 1
2 Istilah dan definisi 1
3 Prinsip 1
4 Peralatan 2
5 Pereaksi 2
6 Preparasi contoh 3
7 Prosedur 3
8 Perhitungan 4
9 Pelaporan 4
10 Keamanan dan keselamatan kerja 5
Bibliografi 6

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2011

Prakata

Dalam rangka memberikan jaminan mutu dan keamanan pangan terhadap komoditas produk perikanan yang akan dipasarkan di dalam dan luar negeri, maka perlu disusun suatu Standar Nasional Indonesia (SNI) tentang Metode uji yang dapat memenuhi jaminan tersebut.

Standar ini menggantikan SNI 01-2354.5-2006, *Cara uji kimia - Bagian 5: Penentuan kadar logam berat kadmium* (Cd) *pada produk perikanan* dan SNI 01-2354.7-2006, *Cara uji kimia - Bagian 7: Penentuan kadar logam berat timbal* (Pb) *pada produk perikanan* yang disusun oleh Panitia Teknis 65-05 Produk Perikanan dalam rangka perbaikan perubahan tahapan preparasi yang telah dirumuskan melalui rapat konsensus pada tanggal 26 Mei 2009 di Jakarta dan dihadiri oleh anggota panitia teknis, wakil-wakil produsen, konsumen, asosiasi, lembaga penelitian, perguruan tinggi dan instansi terkait sebagai upaya untuk meningkatkan jaminan mutu dan keamanan pangan.

Berkaitan dengan penyusunan Rancangan Standar Nasional Indonesia ini, maka aturan-aturan yang dijadikan dasar atau pedoman adalah:

1. Undang-Undang No.7 tahun 1996 tentang Pangan.
2. Undang-Undang No.8 tahun 1999 tentang Perlindungan Konsumen.
3. Undang-Undang No.31 tahun 2004 tentang Perikanan.
4. Peraturan Pemerintah No.69 tahun 1999 tentang Label dan Iklan Pangan.
5. Peraturan Pemerintah No. 82 tahun 2001 tentang Pencemaran Air.
6. Peraturan Menteri Kelautan dan Perikanan No. PERMEN 01/MEN/2007 tentang Pengendalian Sistem Jaminan Mutu dan Keamanan Hasil Perikanan.
7. Keputusan Menteri Kelautan dan Perikanan RI. No. KEP. 06/MEN/2002 tentang Persyaratan dan Tata Cara Pemeriksaan Mutu Hasil Perikanan yang Masuk ke Wilayah Republik Indonesia.
8. Keputusan Menteri Kelautan dan Perikanan RI. No. KEP. 01/MEN/2007 tentang Persyaratan Jaminan Mutu dan Keamanan Hasil Perikanan Pada Proses Produksi, Pengolahan dan Distribusi.

Standar ini telah melalui proses jajak pendapat pada tanggal 22 Maret 2010 sampai dengan 22 Mei 2010 dengan hasil akhir RASNI.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Cara uji kimia – Bagian 5: Penentuan kadar logam berat timbal (Pb) dan kadmium (Cd) pada produk perikanan

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan metode penentuan kadar logam berat timbal (Pb) dan kadmium (Cd) pada produk perikanan.

2 Istilah dan definisi

2.1
atomisasi
proses pelepasan suatu atom dari suatu senyawa dengan bantuan energi panas melalui teknik *electrothermal* dengan *graphite furnace*

2.2
digesti
proses perombakan jaringan daging dengan bantuan panas dan asam untuk melepaskan unsur - unsur logam

2.3
produk perikanan
ikan termasuk biota perairan lainnya yang ditangani dan/atau diolah untuk dijadikan produk akhir yang berupa ikan segar, ikan beku dan olahan lainnya yang digunakan untuk konsumsi manusia

2.4
air deionisasi *(ultra pure water)*
air yang mempunyai kualifikasi total organik karbon lebih kecil dari 3 ppb dan daya resistensinya 18 mega Ω/cm

2.5
matrik modifier
suatu zat yang digunakan untuk melindungi analit Pb dan Cd agar tidak menguap selama proses pengabuan

2.6
blanko pereaksi
blanko dari semua reagen yang digunakan selama proses preparasi

3 Prinsip

Unsur logam Pb dan Cd dilepaskan dari jaringan daging contoh dengan cara digesti kering (pengabuan) pada suhu 450 °C. Logam dalam abu selanjutnya diikat dalam asam klorida (HCl) 6 M dan asam nitrat (HNO_3) 0,1 M secara berurutan. Larutan yang dihasilkan selanjutnya diatomisasi menggunakan *graphite furnace*. Atom-atom unsur Pb dan Cd berinteraksi dengan sinar dari lampu Pb dan Cd. Interaksi tersebut berupa serapan sinar yang besarnya dapat dilihat pada tampilan (monitor) spektrofotometer serapan atom (*Atomic Absorption Spectrofotometer*). Jumlah serapan sinar sebanding dengan konsentrasi unsur logam Pb dan Cd tersebut.

© BSN 2011

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

4 Peralatan

a) Aluminium foil;
b) Gelas beaker 25 ml, 100 ml dan 250 ml;
c) *Blender/homogenizer*;
d) Botol *polypropylene*;
e) Cawan porselen bertutup;
f) Corong plastik;
g) Desikator;
h) Gelas ukur 25 ml dan 50 ml;
i) *Hot plate*;
j) Labu takar 50 ml (*polypropylene*) dan 1 000 ml;
k) Labu takar 100 ml;
l) *Microwave,* khusus untuk destruksi contoh pengujian logam;
m) Mikropipet;
n) Oven;
o) Pipet tetes;
p) Pipet volumetrik 10 ml, 5 ml dan 1 ml;
q) Pisau;
r) *Refrigerator* atau *freezer;*
s) Sendok plastik;
t) Seperangkat alat Spectrofotometer Serapan Atom (*Atomic Absorption Spectrophotometer*) dengan *Graphite furnace*;
u) Timbangan analitik dengan ketelitian ± 0,000 1 g;
v) Tungku pengabuan (*furnace*);
w) Wadah *polystyrene*.

CATATAN 1 Semua peralatan gelas yang digunakan harus terlebih dahulu direndam dalam HNO_3 air deionisasi (1 : 9) kemudian dibilas dengan air deionisasi

5 Pereaksi

a) HCl 37 %;
b) HCl 6 M;
Encerkan 500 ml HCl 37 % dengan air deionisasi dan tepatkan hingga 1 000 ml
c) HNO_3 65 %;
d) HNO_3 0,1 M;
Encerkan 7 ml HNO_3 65 % dengan air deionisasi dan tepatkan hingga 1 000 ml
e) $NH_4H_2PO_4$;
Larutan $NH_4H_2PO_4$ 40 mg/ml (sebagai *matrik modifier*)
Timbang 2,42 g $NH_4H_2PO_4$ larutkan dengan air deionisasi di dalam gelas beaker setelah larut dengan sempurna pindahkan ke dalam labu takar 50 ml dan tepatkan sampai garis batas.
f) Larutan standar Timbal (Pb) dan Kadmium (Cd);
- Larutan standar primer 1 000 mg/l.
- Larutan standar sekunder pertama : 10 mg/l.
Pipet 1 ml larutan standar primer 1 000 mg/l, masukkan ke dalam labu takar 100 ml dan encerkan dengan larutan HNO_3 0,1 M. Larutan standar ini dapat disimpan selama 1 bulan di dalam botol *polypropylene.*
- Larutan standar sekunder kedua : 1 mg/l.
Pipet 5 ml dari larutan sekunder pertama masukkan kedalam labu takar 50 ml dan encerkan dengan larutan HNO_3 0,1 M. Larutan standar ini dapat disimpan selama 1 bulan di dalam botol *polypropylene.*

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

- Larutan standar sekunder ketiga: 100 µg/l.
 Pipet 5 ml dari larutan standar ke dua sekunder masukkan ke dalam labu takar 50 ml dan encerkan dengan larutan HNO_3 0,1 M. Larutan standar ini dapat disimpan selama 1 minggu di dalam botol *polypropylene.*
- Larutan standar kerja dibuat dari larutan standar sekunder ke-tiga yang konsentrasinya disesuaikan dengan daerah kerja alat AAS yang digunakan untuk logam Pb umumnya pada kisaran konsentrasi 1 µg/l – 20 µg/l dan untuk logam Cd pada kisaran konsentrasi 1 µg/l – 10 µg/l, larutan standar kerja ini harus dibuat ketika akan melakukan analisa.

6 Preparasi contoh

6.1 Produk kering

Lumatkan/haluskan contoh dengan blender/homogenizer hingga menjadi partikel kecil. Tempatkan contoh dalam wadah *polystyrene* yang bersih dan bertutup. Jika contoh tidak langsung dianalisis, simpan contoh dalam suhu ruang sampai saatnya untuk dianalisis.

6.2 Produk basah

Lumatkan/haluskan contoh dengan blender/homogenizer hingga homogen dan tempatkan contoh dalam wadah *polystyrene* yang bersih dan bertutup. Jika contoh tidak langsung dianalisis, simpan contoh dalam *refrigerator* atau *freezer* sampai saatnya untuk dianalisis. Pastikan contoh masih tetap homogen sebelum ditimbang. Jika terjadi pemisahan antara cairan dan contoh maka dilakukan blender ulang sebelum dilakukan analisis.

7 Prosedur

7.1 Pengabuan kering (*dry ashing*)

a) Timbang produk basah sebanyak 5 gram atau produk kering sebanyak 0,5 g dalam cawan porselen dan catat beratnya (W)
b) Buat kontrol positif Pb dan Cd

CONTOH 1 pembuatan *spiked* 0,05 mg/kg Pb dan atau Cd:
- Tambahkan sebanyak 0,25 ml larutan standar Pb 1 mg/l ke dalam contoh sebelum dimasukkan ke tungku pengabuan
- Tambahkan sebanyak 0,25 ml larutan standar Cd 1 mg/l ke dalam contoh sebelum dimasukkan ke tungku pengabuan

c) Uapkan *spiked* di atas *hot plate* pada suhu 100 °C sampai kering.
d) Masukkan contoh dan *spiked* kedalam tungku pengabuan dan tutup separuh permukaannya. Naikkan suhu tungku pengabuan secara bertahap 100 °C setiap 30 menit sampai mencapai 450 °C dan pertahankan selama 18 jam
e) Keluarkan contoh dan *spiked* dari tungku pengabuan dan dinginkan pada suhu kamar. Setelah dingin tambahkan 1 ml HNO_3 65 %, goyangkan secara hati-hati sehingga semua abu terlarut dalam asam dan selanjutnya uapkan diatas *hot plate* pada suhu 100 °C sampai kering
f) Setelah kering masukkan kembali contoh dan *spiked* ke dalam tungku pengabuan Naikkan suhu secara bertahap 100 °C setiap 30 menit sampai mencapai 450 °C dan pertahankan selama 3 jam
g) Setelah abu terbentuk sempurna berwarna putih, dinginkan contoh dan *spiked* pada suhu ruang. Tambahkan 5 ml HCl 6 M kedalam masing-masing contoh dan *spiked*,

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

goyangkan secara hati – hati sehingga semua abu larut dalam asam. Uapkan diatas *hot plate* pada suhu 100 °C sampai kering

h) Tambahkan 10 ml HNO_3 0,1 M dan dinginkan pada suhu ruang selama 1 jam, pindahkan larutan ke dalam labu takar *polypropylene* 50 ml dan tambahkan larutan *matrik modifier*, tepatkan sampai tanda batas dengan menggunakan HNO_3 0,1 M

7.2 Destruksi basah menggunakan *microwave*

a) Timbang contoh basah sebanyak 2 g atau contoh kering sebanyak 0,2 g – 0,5 g ke dalam tabung sampel (*vessel*) kemudian dicatat beratnya (W).

b) Untuk kontrol positif (*spiked* 0,1 mg/kg), tambahkan masing – masing 0,2 ml larutan standar Pb dan Cd 1 mg/l atau larutan standar Pb dan Cd 200 µg/l sebanyak 1 ml ke dalam contoh kemudian di vortex

c) Tambahkan secara berurutan 5 ml – 10 ml HNO_3 65 % dan 2 ml H_2O_2

d) Lakukan destruksi dengan mengatur program *microwave* (sesuaikan dengan *microwave* yang digunakan)

e) Pindahkan hasil destruksi kelabu takar 50 ml dan tambahkan larutan *matrik modifier*, tepatkan sampai tanda batas dengan air deionisasi

7.3 Pembacaan kurva kalibrasi dan contoh pada AAS

a) Siapkan larutan standar kerja Pb dan Cd masing – masing minimal 5 (lima) titik konsentrasi

b) Baca larutan standar kerja, contoh dan *spiked* pada alat spektrofotometer serapan atom *graphite furnace* pada panjang gelombang 283,3 nm untuk Pb dan 228,8 nm untuk Cd

8 Perhitungan

$$\text{Konsentrasi Pb atau Cd } \mu g/g = \frac{(D - E) \times Fp \times V}{W}$$

Keterangan:

D adalah konsentrasi contoh µg/l dari hasil pembacaan AAS

E adalah konsentrasi blanko contoh µg/l dari hasil pembacaan AAS

Fp adalah faktor pengenceran

V adalah volume akhir larutan contoh yang disiapkan (ml), harus diubah ke dalam satuan liter.

W adalah berat contoh (g)

CATATAN 2 Jika hasil pembacaan konsentrasi contoh dan *spiked* pada AAS lebih tinggi dari konsentrasi larutan standar yang digunakan, maka lakukan pengenceran.

CATATAN 3 µg/g setara dengan mg/kg

9 Pelaporan

a) Jika angka desimal kurang dari 5 (lima) maka pembulatan ke bawah, tetapi bila lebih dari 5 (lima) pembulatan keatas.

CONTOH 2 14,454 dibulatkan menjadi 14,45
14,466 dibulatkan menjadi 14,47

© BSN 2011

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

b) Jika angka ke tiga di belakang koma 5 (lima), dan angka kedua genap, maka angka lima tersebut menjadi hilang tetapi bila angka kedua ganjil maka pembulatan ke atas.

CONTOH 3 14,765 dibulatkan menjadi 14,76
14,475 dibulatkan menjadi 14,48

10 Keamanan dan keselamatan kerja

Untuk menjaga keamanan dan keselamatan kerja selama melakukan analisa maka perlu diperhatikan hal-hal sebagai berikut :

a) Cuci tangan sebelum dan sesudah melakukan analisa
b) Gunakan jas laboratorium dan masker selama bekerja
c) Pastikan blower lemari asam dan blower AAS berfungsi dengan baik
d) Pastikan aliran gas ditutup kembali setelah selesai analisa
e) Pastikan setiap analis mengkonsumsi makanan/minuman yang mampu mendetoksifikasi dan dapat meningkatkan daya tahan tubuh.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Bibliografi

Determination of Metals in Foods by Atomic Absorption Spectrophotometry after Dry Ashing : NMKL Collaborative Study. Journal of AOAC International 2000,Vol 83, no. 5, pp 1204 – 1211

Official Methods of Analysis AOAC International 2000, 17 th Ed 2000. Vollume I. Chapter 9 p 19 – 22

Perkin Elmer Technical Summary. Recommended analytical condition and general information for graphite furnace atomic absorption spectrometry using the Perkin Elmer HGA/THGA.

Ultrapure Water System. Operation Manual Series 1191. NANOpure Diamond UV. Electrothermal Engineering, Ltd. United Kingdom.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2011

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3,4,7,10
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id

© BSN 2011